

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-060297

(43)Date of publication of application : 26.02.2002

(51)Int.Cl.

C30B 23/02  
C30B 29/36  
H01L 21/203

(21)Application number : 2000-249634

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE &  
TECHNOL  
DENSO CORP

(22)Date of filing : 21.08.2000

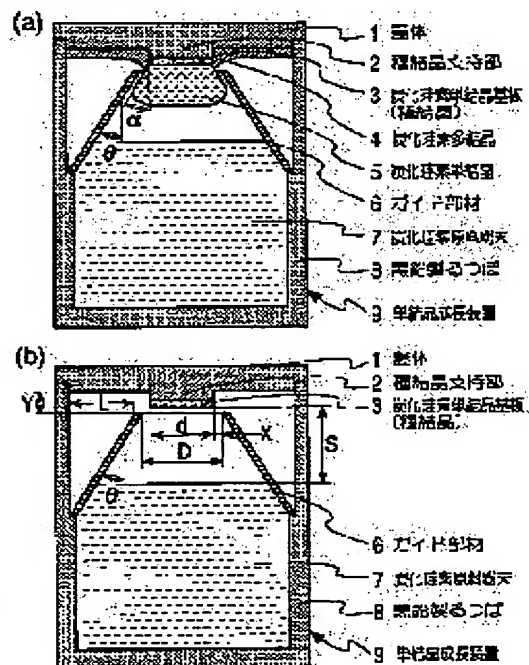
(72)Inventor : BAN OUK  
NISHIZAWA SHINICHI  
ARAI KAZUO  
KITO YASUO

## (54) APPARATUS AND METHOD FOR GROWING SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an apparatus for growing a single crystal, which is capable of realizing both of enlargement of diameter of the single crystal and improvement of the quality of the single crystal with a simple constitution in the growth of the single crystal such as silicon carbide by a sublimation recrystallization method.

SOLUTION: Crystal growth is accelerated by providing a tapered guide member 6 so as to surround a space above a powdery raw material 7 accommodated in a crucible 8, fixing the lower end of the guide member 6 to an inner wall close to the powdery silicon carbide raw material 7 of the crucible 8, providing an opening part in the vicinity of a silicon carbide single crystal substrate 3 whose upper end is fixed to a cover body 1 and introducing a sublimation gas of the raw material 7 onto the surface of the silicon carbide single crystal substrate 3. The upper end of the guide member 6 does not contact with any of the silicon carbide single crystal substrate 3, a seed crystal supporting part 2, the lower surface of the cover body 1, and the inner wall of the crucible 8, and a portion of the sublimation gas can flow out to the outside through a gap between these members. Thereby, the stress to the growing silicon carbide single crystal 5 caused by contact with the guide member 6 can be avoided, and a high quality single crystal having a large diameter can be obtained.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

20.02.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-60297  
(P2002-60297A)

(43) 公開日 平成14年2月26日 (2002.2.26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 3 0 B 23/02		C 3 0 B 23/02	4 G 0 7 7
29/36		29/36	A 5 F 1 0 3
H 0 1 L 21/203		H 0 1 L 21/203	Z

審査請求 未請求 請求項の数20 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-249634(P2000-249634)

(22) 出願日 平成12年8月21日 (2000.8.21)

(71) 出願人 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(74) 上記1名の復代理人 100067596

弁理士 伊藤 求馬

(71) 出願人 000004260

株式会社デンソー

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(72) 発明者 パン ウック

茨城県つくば市梅園1丁目1番4 工業技術院電子技術総合研究所内

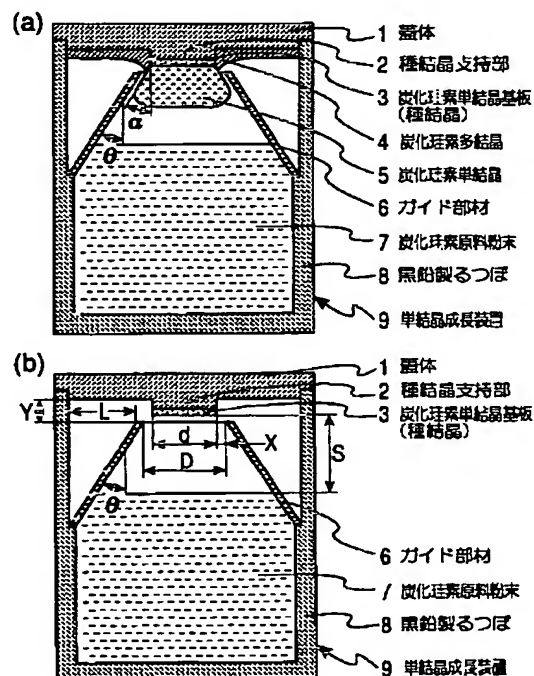
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶の成長装置および成長方法

(57) 【要約】

【課題】 昇華再結晶法による炭化珪素等の単結晶の成長において、簡易な構成で、単結晶の口径拡大と品質向上を両立できる単結晶の成長装置を得る。

【解決手段】 るつぼ8に収容した原料粉末7上方の空間を囲むように、テーパ状のガイド部材6を設けて、その下端を炭化珪素原料粉末7近傍のるつぼ8内壁に固定し、上端を蓋体1に固定した炭化珪素単結晶基板3の近傍に開口させて、原料の昇華ガスを炭化珪素単結晶基板3表面に誘導し、結晶成長を促進する。ガイド部材6の上端は、炭化珪素単結晶基板3、種結晶支持部2、蓋体1下面、るつぼ8内壁のいずれとも接触しておらず、昇華ガスの一部がこれらの隙間から外部へ流出することによって、成長する炭化珪素単結晶5がガイド部材6に接触して、応力を受けることが防止され、高品質な単結晶を大口径で得ることができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 容器内に成長させる単結晶の原料を収容し、該原料に対向する容器内壁面の一部を上記原料側に突出させて種結晶を支持する種結晶支持部となし、上記原料を加熱昇華させて上記種結晶上に単結晶を成長させる装置において、上記種結晶と上記原料の間に、一端が上記種結晶の近傍に位置し他端が上記原料の近傍の上記容器内側壁に支持固定される筒状部材を設けて、上記原料の昇華ガスを上記種結晶表面へ導くとともに、その内部を上記単結晶の成長空間とするガイド部材となし、かつ上記ガイド部材の上記一端が、上記種結晶、上記種結晶支持部、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面、および上記容器内側壁のいずれとも接触していないことを特徴とする単結晶の成長装置。

【請求項2】 上記ガイド部材の上記一端と、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面との距離を5mm以上とした請求項1記載の単結晶の成長装置。

【請求項3】 上記ガイド部材の上記一端側の開口内径を、上記種結晶支持部および上記種結晶のいずれの外径よりも大きくし、かつ上記一端側の開口内周縁と上記種結晶支持部側壁および上記種結晶外周面との距離を0.5mm以上5mm以下とした請求項1または2記載の単結晶の成長装置。

【請求項4】 上記ガイド部材の上記一端と、上記容器内側壁との距離を5mm以上とした請求項1ないし3のいずれか記載の単結晶の成長装置。

【請求項5】 上記ガイド部材の内壁で囲まれる上記単結晶の成長空間を、一定径、または上記種結晶側から上記原料側へ向けて拡張する形状とした請求項1ないし4のいずれか記載の単結晶の成長装置。

【請求項6】 上記ガイド部材の中心軸に対する上記内壁の傾斜角度を上記単結晶成長空間の径の拡がり角度とした時に、該拡がり角度が45度以下である請求項5記載の単結晶の成長装置。

【請求項7】 上記ガイド部材が材質の異なる内層と外層からなる内外2層構造を有する請求項1ないし6のいずれか記載の単結晶の成長装置。

【請求項8】 上記単結晶が炭化珪素単結晶である請求項1ないし7のいずれか記載の単結晶の成長装置。

【請求項9】 上記ガイド部材の内層の材質が炭化珪素であり、上記単結晶が炭化珪素単結晶である請求項7記載の単結晶の成長装置。

【請求項10】 上記ガイド部材が、内部を単結晶成長空間とする筒状部と、この筒状部の上記原料側端部から径方向外方に広がり上記容器内側壁に支持固定される支持部からなる請求項1ないし9のいずれか記載の単結晶の成長装置。

【請求項11】 容器内に成長させる単結晶の原料を収容し、該原料に対向する容器内壁面の一部を上記原料側に突出させて種結晶を支持する種結晶支持部となし、上

記原料を加熱昇華させて上記種結晶上に単結晶を成長させる方法において、上記種結晶と上記原料の間に、一端が上記種結晶の近傍に位置し他端が上記原料の近傍の上記容器内側壁に支持固定される筒状ガイド部材を設けて、上記一端が上記種結晶、上記種結晶支持部、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面、および上記容器内側壁のいずれとも接触しないように配置し、上記原料の昇華ガスを上記種結晶表面へ導くとともに、上記ガイド部材の内部に上記単結晶の成長空間を形成することを特徴とする単結晶の成長方法。

【請求項12】 上記ガイド部材の上記一端と、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面との距離を5mm以上とした請求項11記載の単結晶の成長方法。

【請求項13】 上記ガイド部材の上記一端側の開口内径を、上記種結晶支持部および上記種結晶のいずれの外径よりも大きくし、かつ上記一端側の開口内周縁と上記種結晶支持部外周面および上記種結晶外周面との距離を0.5mm以上5mm以下とした請求項11または12記載の単結晶の成長方法。

【請求項14】 上記ガイド部材の上記一端と、上記容器内側壁との距離を5mm以上とした請求項11ないし13のいずれか記載の単結晶の成長方法。

【請求項15】 上記ガイド部材の内壁で囲まれる上記単結晶の成長空間を、一定径、または上記種結晶側から上記原料側へ向けて拡張する形状とした請求項11ないし14のいずれか記載の単結晶の成長方法。

【請求項16】 上記ガイド部材の中心軸に対する上記内壁の傾斜角度を上記成長空間の径の拡がり角度とした時に、該拡がり角度が45度以下である請求項5記載の単結晶の成長方法。

【請求項17】 上記ガイド部材が材質の異なる内層と外層からなる内外2層構造を有する請求項11ないし16のいずれか記載の単結晶の成長方法。

【請求項18】 上記単結晶が炭化珪素単結晶である請求項11ないし17のいずれか記載の単結晶の成長方法。

【請求項19】 上記ガイド部材の内層の材質が炭化珪素であり、上記単結晶が炭化珪素単結晶である請求項17記載の単結晶の成長方法。

【請求項20】 上記ガイド部材が、内部を上記単結晶の成長空間とする筒状部と、この筒状部の上記原料側端部から径方向外方に広がり上記容器内側壁に支持固定される支持部からなる請求項11ないし19のいずれか記載の単結晶の成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、炭化珪素等の単結晶を成長させるために用いられる単結晶の成長装置および成長方法に関する。

【0002】

【従来の技術】炭化珪素単結晶は、パワーデバイス等の半導体装置作製用基板材料として有用であるが、現在市販されている炭化珪素基板は直径2インチ程度であり、量産性を向上させるには、さらに大口径の基板が必要とされる。炭化珪素単結晶の製造方法としては、昇華再結晶法が広く知られ、この昇華再結晶法を利用して口径拡大を行うために、従来より様々な試みがなされてきた。例えば、特開平1-305898号公報や特開平10-36195号公報には、種結晶を支持する種結晶支持部を突起状とすることで周囲の多結晶が成長結晶に接触するタイミングを遅らせることが提案されている。

【0003】図7は、このような装置の概略構成を示す図で、単結晶成長装置19は、炭化珪素原料粉末17が充填される黒鉛製のつぼ18と蓋体11を有し、原料粉末17に対向する蓋体11の下面中央部を突起状に形成して種結晶支持部12とし種結晶13を接合固定している。原料粉末17を加熱、昇華させると、その昇華ガスが上方の種結晶13上で再結晶して、炭化珪素単結晶15が成長する。この時、種結晶13の周囲には、炭化珪素多結晶14が成長するが、種結晶13が下方に突出しているために、口径の拡大が可能である( $\alpha$ :口径拡大角度)。

【0004】しかしながら、上記図7の装置では、多結晶14と単結晶15の接触を遅らせることはできるものの、成長が進んで単結晶15に周囲の多結晶14が接触すると単結晶15の成長を阻害するとともに、多結晶14が単結晶15に歪みを与えて、転位やクラックといった結晶欠陥が単結晶15に発生するという問題があった。

【0005】この問題を解決する方法として、特公平6-37353号公報に記載されるように、種結晶の周辺部を仕切り板で覆い、仕切り板を種結晶より高温に保持することにより、種結晶上にのみ単結晶を成長させ、蓋体表面に昇華ガスが到達しないようにして多結晶の発生を抑制する方法がある。ところが、この方法では、仕切り板の開口径に制限されて、単結晶の口径拡大率が大きくできない上、成長が進むにつれて仕切り板上に多結晶が成長を始め、やがて単結晶に追いついてしまうために、上記従来装置と同様の問題が生じる。また、特開平5-32496号公報には、この問題を解消するために、仕切り板の開口径を種結晶径より大きくした装置が開示されているが、仕切り板の開口径が大きい場合、昇華ガスが開口を経て蓋体表面に達してしまうために、単結晶の周りに多結晶が成長して上記したのと同様の問題が生じ、仕切り板の効果が十分得られない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者等は、先に、特開2000-44383号公報において、種結晶と原料との間に形成される単結晶成長空間をガス流通可能に取り囲む熱遮蔽部材を設けることを提案し

た。熱遮蔽部材を内径が単結晶の成長方向に向かってテーパ状に広がる形状とすると、単結晶の口径拡大と品質向上の両方の実現が可能になる。ところが、本発明者等が、さらに検討を進めた結果、この方法によっても、種結晶の支持部と熱遮蔽部材の距離によっては、単結晶と多結晶とが分離せずに成長する場合があること、また、種結晶と原料粉末との間に熱遮蔽部材が存在するために、種結晶から原料粉末表面までの距離の調整による成長速度の調整が容易でないという不具合が生じた。また、構造がやや複雑となるため、装置の製作にコストと時間がかかる。

【0007】本発明は、昇華再結晶法による炭化珪素等の単結晶の成長において、多結晶による成長阻害を受けることなく単結晶を成長させることができ、単結晶の口径拡大と品質向上を両立できるとともに、構成が簡易で製作コストが低減可能である成長装置を得ることを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】請求項1の単結晶の成長装置は、容器内に成長させる単結晶の原料を収容し、該原料に対向する容器内壁面の一部を上記原料側に突出させて種結晶を支持する種結晶支持部となしてある。上記種結晶と上記原料の間には、一端が上記種結晶の近傍に位置し他端が上記原料の近傍の上記容器内側壁に支持固定される筒状部材を設けて、上記原料の昇華ガスを上記種結晶表面へ導くとともに、その内部を上記単結晶の成長空間とするガイド部材とし、かつ、上記ガイド部材の上記一端が上記種結晶、上記種結晶支持部、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面、および上記容器内側壁のいずれとも接触しないことを特徴とする。

【0009】本発明では、上記ガイド部材の上記一端が上記種結晶の近傍に開口するので、上記原料を加熱、昇華させると、原料の昇華ガスが上記ガイド部材に導かれて上記種結晶表面に到達し、再結晶して単結晶が成長する。また、上記一端は上記種結晶、上記種結晶支持部、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面、および上記容器内側壁のいずれとも接触しないので、原料の昇華ガスの一部が上記一端とこれらの隙間から外部へ流出する。成長する単結晶と上記ガイド部材の間に生じるこの昇華ガスの流れによって、成長する単結晶が上記ガイド部材に接触して一体となることが防止される。従って、多結晶の成長や多結晶との接触を抑制しつつ、上記ガイド部材で囲まれる空間に大口径で良質な単結晶を独立して成長させることが可能になる。また、構成が簡易で、製作コストが低減できる。

【0010】請求項2の装置では、上記ガイド部材の上記一端と、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面との距離を5mm以上とする。この距離が小さいと、上記容器内壁面に成長する多結晶によって上記一端と上記種結晶の間の隙間が塞がれ、上記ガイド部材の内壁にまで

多結晶が成長するおそれがあるが、5mm以上の距離を設けることで、単結晶のみを独立して成長させることができる。

【0011】請求項3の装置では、上記ガイド部材の上記一端側の開口内径を、上記種結晶支持部および上記種結晶のいずれの外径よりも大きくし、かつ上記一端側の開口内周縁と上記種結晶支持部側壁および上記種結晶外周面との距離を0.5mm以上5mm以下とする。上記一端側の開口を上記種結晶より大きくすることで、口径拡大が容易になる。また、これらの間の距離を0.5mm以上とすることで、上記ガイド部材端部、上記種結晶支持部側壁、上記種結晶外周面に成長する多結晶または単結晶によって隙間が塞がれることを防止し、5mm以下とすることで、上記容器内壁面に成長する多結晶の量を抑制して、単結晶のみを独立して成長させることができる。

【0012】請求項4の装置では、上記ガイド部材の上記一端と、上記容器内壁壁との距離を5mm以上とする。これにより、上記容器内壁面や内壁に成長する多結晶により上記種結晶周りの隙間が塞がれ、上記ガイド部材の内壁にまで多結晶が成長するのを防止して、単結晶のみを独立して成長させる。

【0013】請求項5の装置では、上記ガイド部材の内壁で囲まれる上記単結晶の成長空間を一定径、または上記種結晶側から上記原料側へ向けて拡張する形状とする。一定径の場合は、上記種結晶と同じサイズの単結晶を高品質に成長でき、拡張する場合は、単結晶の口径拡大と品質向上を両立できる。

【0014】請求項6の装置では、上記ガイド部材の中心軸に対する上記内壁の傾斜角度を上記単結晶成長空間の径の拡張角度とした時に、該拡張角度を45度以下とする。この場合に、単結晶のみが独立して成長し、45度より大きいと、上記ガイド部材の内壁への多結晶の成長量が大きくなり、単結晶と多結晶が接触して単結晶の独立した成長を妨げる。また、単結晶の口径の拡大角度は45度を超えないので、45度以下であればよい。

【0015】請求項7の装置では、上記ガイド部材を材質の異なる内層と外層からなる内外2層構造とする。これにより、上記ガイド部材の内層を、上記容器と異なる材質とすることができる。上記ガイド部材は、単結晶に近接しているため、内層材料成分、不純物等の飛散が単結晶に与える影響が大きいので、これらの影響の少ない材料とすれば、より高品質の単結晶が得られる。

【0016】請求項8の装置では、上記単結晶を炭化珪素単結晶とする。炭化珪素単結晶は半導体装置作製用基板として有用であり、口径拡大、高品質化による利用価値が大きい。

【0017】請求項9の装置では、上記ガイド部材の内層の材質を炭化珪素とし、上記単結晶を炭化珪素単結晶

とする。上記内層の材質を成長させる単結晶と同じ炭化珪素とすることで、上記容器や外層から飛散する成分、不純物等が単結晶中に取り込まれるのを防止して、単結晶を高品質に成長できる。

【0018】請求項10の装置では、上記ガイド部材を、内部を上記単結晶の成長空間とする筒状部と、この筒状部の上記原料側端部から径方向外方に広がり上記容器内壁に支持固定される支持部とで構成する。上記ガイド部材の内壁の傾斜角度が小さい場合、上記容器内径と深さによっては、上記ガイド部材を上記容器内壁に支持できないことがある。その場合は、上記ガイド部材の原料側端部と上記容器内壁とをつなぐ支持部を設けるとよく、原料の充填量を減少させることなく、効率よく単結晶を成長できる。

【0019】請求項11の発明は、単結晶の製造方法に関するもので、容器内に成長させる単結晶の原料を収容し、該原料に対向する容器内壁面の一部を上記原料側に突出させて種結晶を支持する種結晶支持部となし、上記原料を加熱昇華させて上記種結晶上に単結晶を成長させる方法において、上記種結晶と上記原料の間に、一端が上記種結晶の近傍に位置し他端が上記原料の近傍の上記容器内壁に支持固定される筒状ガイド部材を設けて、上記一端が上記種結晶、上記種結晶支持部、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面、および上記容器内壁のいずれとも接触しないように配置し、上記原料の昇華ガスを上記種結晶表面へ導くとともに、上記ガイド部材の内部に上記単結晶の成長空間を形成するものである。

【0020】上記方法によれば、上記請求項1と同様の効果が得られ、簡易な方法で、高品質の単結晶を得ることができる。

【0021】請求項12の方法では、上記ガイド部材の上記一端と、上記種結晶支持部を有する上記容器内壁面との距離を5mm以上とし、上記請求項2と同様の効果が得られる。

【0022】請求項13の方法では、上記ガイド部材の上記一端側の開口内径を、上記種結晶支持部および上記種結晶のいずれの外径よりも大きくし、かつ上記一端側の開口内周縁と上記種結晶支持部外周面および上記種結晶外周面との距離を0.5mm以上5mm以下とする。これにより、上記請求項3と同様の効果が得られる。

【0023】請求項14の方法では、上記ガイド部材の上記一端と、上記容器内壁壁との距離を5mm以上とし、上記請求項4と同様の効果が得られる。

【0024】請求項15の方法では、上記ガイド部材の内壁で囲まれる上記単結晶の成長空間を、一定径、または上記種結晶側から上記原料側へ向けて拡張する形状とし、上記請求項5と同様の効果が得られる。

【0025】請求項16の方法では、上記ガイド部材の中心軸に対する上記内壁の傾斜角度を上記成長空間の径の拡張角度とした時に、該拡張角度を45度以下と

し、上記請求項6と同様の効果が得られる。

【0026】請求項17の方法では、上記ガイド部材を材質の異なる内層と外層からなる内外2層構造とし、上記請求項7と同様の効果が得られる。

【0027】請求項18の方法では、上記単結晶を炭化珪素単結晶とし、上記請求項8と同様の効果が得られる。

【0028】請求項19の方法では、上記ガイド部材の内層の材質を炭化珪素、上記単結晶を炭化珪素単結晶とし、上記請求項9と同様の効果が得られる。の成長方法。

【0029】請求項20の方法では、上記ガイド部材を、内部を上記単結晶の成長空間とする筒状部と、この筒状部の上記原料側端部から径方向外方に広がり上記容器内側壁に支持固定される支持部で構成し、上記請求項10と同様の効果が得られる。

【0030】

【発明の実施の形態】以下、図1に基づいて本発明の第1の実施の形態を詳細に説明する。図1(b)は、本発明を適用した炭化珪素単結晶成長装置の概略構成図で、図中、単結晶の成長装置9は、容器として、黒鉛製のつば8とその上端開口を閉鎖する蓋体1を有している。るつば8の下半部内には原料となる炭化珪素原料粉末7が充填しており、これに対向する容器内壁面としての蓋体1の下面には、中央部を下方に突出させて種結晶支持部2が設けられる。この種結晶支持部2には、種結晶となる炭化珪素単結晶基板3が接合固定される。炭化珪素単結晶基板3は種結晶支持部2と同径とする。蓋体1は、外周縁部をやや薄肉のフランジ部1aとなし、るつば8に嵌着した時にフランジ部1aをるつば8の上端縁に当接させてこれを密閉する。

【0031】本発明では、るつば8内に、炭化珪素単結晶基板3と炭化珪素原料粉末7の間の空間を取り囲むように、筒状の黒鉛製ガイド部材6を配設し、その上端(一端)を炭化珪素単結晶基板3の近傍に開口する。本実施の形態では、ガイド部材6は、種結晶側から炭化珪素原料粉末7側へ向けて次第に拡張するテーパ形状としており、その下端(他端)は炭化珪素原料粉末7の近傍にて容器内側壁であるるつば8内側壁に支持固定される。炭化珪素原料粉末7は、ガイド部材6の内側に収容される。すなわち、ガイド部材6は、炭化珪素原料粉末7上部の空間を覆って、炭化珪素原料粉末7とるつば8内側壁、蓋体1下面との間を遮断し、炭化珪素原料粉末7の昇華ガスを炭化珪素単結晶基板3表面のみに誘導する役割を果たす。

【0032】ガイド部材6の上端は、炭化珪素単結晶基板3、種結晶支持部2、蓋体1下面のいずれとも接触しないように配置される。本実施の形態では、ガイド部材6の上端は、種結晶3のやや下方に位置し、上端開口径Dは、炭化珪素単結晶基板3の外径dより大径としてあ

る。これにより、上端開口と、炭化珪素単結晶基板3外周縁との間に隙間が形成され、この隙間から炭化珪素原料粉末7の昇華ガスの一部が外部へ流出して、蓋体1下面に炭化珪素多結晶4となって析出する。このことは、炭化珪素多結晶4の成長を抑えて単結晶のみを成長させる目的からは望ましくないが、ガイド部材6と炭化珪素単結晶基板3の間に隙間に向かう昇華ガスの流れが形成されることによって、成長する炭化珪素単結晶5(図1(a)参照)がガイド部材6に接触して一体になることを防止する役割を果たしている。ここで、ガイド部材6の上端と蓋体1下面との距離Y、ガイド部材6の上端内周縁と炭化珪素単結晶基板3外周縁(種結晶支持部2側壁)との距離 $X = (D - d) / 2$ 、さらにガイド部材6の上端外周縁とるつば8内側壁との距離Lを適切に選択すると、炭化珪素多結晶4の成長量を小さく抑えることができる。

【0033】具体的には、ガイド部材6の上端と蓋体1下面との距離Yを5mm以上とする。距離Yが5mm以上あれば、蓋体1下面に成長する多結晶によって炭化珪素単結晶基板3の周囲の隙間が塞がれて、ガイド部材6の内壁にまで多結晶が成長することがなく、単結晶のみを独立して成長させることが可能となる。また、ガイド部材6の上端内周縁と炭化珪素単結晶基板3外周縁との距離 $X = (D - d) / 2$ は、0.5mm以上5mm以下とするのがよい。距離Xが0.5mm以上あれば、ガイド部材6上端縁、種結晶支持部2側壁、炭化珪素単結晶基板3外面に成長する多結晶または単結晶によって、炭化珪素単結晶基板3の周囲の隙間が塞がれ、ガイド部材6の内壁にまで多結晶が成長するのを防止できる。ただし、距離Xが5mmを超えると、蓋体1下面に成長する多結晶の量が多くなり、単結晶に接触して、単結晶が独立して成長するのを妨げるおそれがある。なお、ここでは、炭化珪素単結晶基板3と種結晶支持部2が同径であるが、径が異なる場合にも、ガイド部材6上端内周縁との距離がそれぞれ上記範囲にあることが望ましい。

【0034】ガイド部材6上端の外径はるつば8の内径より小さいことが必要であり、両者が接近していると、ガイド部材6の上端と蓋体1下面との距離Yを確保しても所望の効果が得られない。具体的には、ガイド部材6の上端外周縁とるつば8内側壁との距離Lを5mm以上とするのがよく、これより小さいと、蓋体1下面やるつば8内側壁に成長する多結晶によって炭化珪素単結晶基板3の周囲の隙間が塞がれ、ガイド部材6の内壁にまで多結晶が成長して単結晶の独立した成長を妨げることがある。

【0035】ガイド部材6の内壁で囲まれる空間は、単結晶の成長空間となる。本実施の形態では、ガイド部材6の上端内径Dが炭化珪素単結晶基板3外径dより大きく、さらに、テーパ状に形成して、単結晶の成長空間が成長方向に拡張するようにしたので、図1(a)のよう



に、炭化珪素単結晶5は口径が拡大しながら成長する。この単結晶の成長空間の拡がり角度を、ガイド部材6の傾斜角度 $\theta$ （内壁と中心軸とのなす角度）で表すと、傾斜角度 $\theta$ が大きいほど、炭化珪素単結晶5が外側へ成長する角度 $\alpha$ を大きくすることができ、単結晶の口径拡大率を大きくできる。ただし、傾斜角度 $\theta$ が45度より大きいと、ガイド部材6の内壁への多結晶の成長量が大きくなり、炭化珪素単結晶5に接触してその独立した成長を妨げるおそれがある。また、単結晶の口径の拡大角度 $\alpha$ の上限（ $a/c$ 軸成長速度によって決まる）が45度を超えることはないので、傾斜角度 $\theta$ は45度以下であればよく、この範囲で適宜設定することにより、炭化珪素単結晶5の口径拡大率を制御できる。なお、傾斜角度 $\theta$ は一定である必要はなく、種結晶側から原料側へ向かう途中で角度が変わってもよい。この場合には、ガイド部材の形状に沿って単結晶の拡大率が変化することになる。

【0036】傾斜角度 $\theta$ が途中で変わる場合は、部分的であれば45度を越えてもよい。傾斜角度 $\theta$ が一定でかつ45度より大きい場合にガイド部材の内壁への多結晶の成長量が大きくなる理由は、ガイド部材6の支持固定される位置が炭化珪素原料粉末7から種結晶支持部2側へ移動し、ガイド部材6の温度が低くなるためである。傾斜角度 $\theta$ を途中で変えることにより、ガイド部材6の支持固定される位置を炭化珪素原料粉末7の近傍にでき、ガイド部材6の温度を高くできる。

【0037】上記装置を用いて単結晶を成長させる場合には、図1（b）のように、種結晶となる炭化珪素単結晶基板3を蓋体1の種結晶支持部2に接着剤によって接合し、蓋体1をるつぼ8に覆着してその周囲に配した誘導コイル等の加熱装置（図略）で加熱する。種結晶となる炭化珪素単結晶基板3には、通常、アチソン法で製造された炭化珪素単結晶、または、アチソン結晶から昇華法で成長させた炭化珪素単結晶が使用される。この時、炭化珪素原料粉末7が炭化珪素の昇華温度以上（通常、約2000～2500℃程度）、炭化珪素単結晶基板3が原料粉末7より低い温度となるように、るつぼ8内に温度勾配を設けるのがよく、炭化珪素原料粉末7の表面と炭化珪素単結晶基板3表面との距離Sを所定の距離とすることで、炭化珪素単結晶5の成長速度を制御することができる。るつぼ8内の雰囲気は、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気とし、圧力は0.1～100 Torr程度とするのがよい。これにより、炭化珪素原料粉末7の昇華ガスが発生し、ガイド部材6に誘導されて上方へ拡散し、より低温の炭化珪素単結晶基板3上で再結晶する。

【0038】本発明の実施の形態では、炭化珪素原料粉末7の表面は、ガイド部材6の中にあり、炭化珪素原料粉末7はガイド部材6の中に一部入っているが、炭化珪素単結晶基板3の表面と炭化珪素原料粉末7との距離

S、黒鉛製るつぼ8の内径、及びガイド部材6の傾斜角度 $\theta$ のそれぞれの値によっては、炭化珪素原料粉末7の表面は、ガイド部材6の中には入らない場合もありうる。

【0039】ここで、炭化珪素原料粉末7の昇華ガスの一部は、ガイド部材6の上端と炭化珪素単結晶基板3の隙間から流出するが、ガイド部材6の上端と蓋体1下面の距離Y、炭化珪素単結晶基板3（種結晶支持部2側壁）との距離 $X = (D - d) / 2$ 、るつぼ8内側壁との距離Lを、上記範囲で選択することで、図1（a）のように、炭化珪素多結晶4の成長量を小さく抑えることができ、上記図7の従来構成のように多結晶4が炭化珪素単結晶5と一体となって成長を阻害することがない。炭化珪素単結晶5は、多結晶4から分離してガイド部材6の内壁に沿って独立に成長し、しかもガイド部材6はテーパ形状であるため、口径が拡大できる。

【0040】また、ガイド部材6は、温度が高く設定される炭化珪素原料粉末7側のるつぼ8内壁に支持固定されるので、温度が低く設定される蓋体1に支持される炭化珪素単結晶5よりも温度が高くなる。この場合、温度が高いガイド部材6から炭化珪素単結晶5へと物質移動が起こり、上述した昇華ガスの流れの効果と相まって、炭化珪素単結晶5がガイド部材6に接触するのを防止する。また、ガイド部材6は、構成が簡単で製作が容易であり、下端が開く形状で炭化珪素原料粉末7と炭化珪素単結晶基板3との間を遮らないので、炭化珪素原料粉末7と炭化珪素単結晶基板3の距離を近くでき、両者の距離Sによる成長速度の制御も容易である。

【0041】本発明の効果を確認するために、上記図1（b）の単結晶成長装置9において、ガイド部材6の傾斜角度 $\theta = 30$ 度、種結晶炭化珪素単結晶基板3の直径 $d = 12$  mm、ガイド部材6の上端内径 $D = 15$  mm、ガイド部材6上端と炭化珪素単結晶基板3との距離 $X = 1.5$  mm、ガイド部材6上端と蓋体1下面の距離 $Y = 7$  mm、ガイド部材6上端とるつぼ8内側壁との距離 $L = 15$  mmに設定し、炭化珪素原料粉末7を充填して、単結晶を成長させた。炭化珪素単結晶基板3と炭化珪素原料粉末7の距離 $S = 35$  mmとし、アルゴンガス雰囲気、成長圧力10 Torr、種結晶温度2200℃、原料粉末温度2250℃、成長時間24時間の条件で、成長実験を行ったところ、図1（a）のように、ガイド部材6内壁に沿って炭化珪素単結晶5が拡大して成長した。成長量は12 mm、最大径は26 mm、口径拡大率 $\alpha = 30$ 度でガイド部材6の傾斜角度 $\theta$ と同じであった。蓋体1下面、種結晶支持部2側壁等には、炭化珪素多結晶4が成長したが、炭化珪素単結晶5とガイド部材6の間の隙間が埋まることはなく、炭化珪素単結晶5の成長が炭化珪素多結晶4に阻害されたり、ガイド部材6に接触して一体化することもなく、高品質で欠陥の少ない炭化珪素単結晶5が得られた。

【0042】以上のように、上記構成の装置によれば、炭化珪素単結晶5が炭化珪素多結晶4、ガイド部材6のいずれとも接触して一体となることなく、独立して成長し、周囲から応力を受けることがないので転位、クラックといった結晶欠陥を低減できる。よって、高品質で、大口径の炭化珪素単結晶5を安価に得ることができる。

【0043】図2に本発明の第2の実施の形態を示す。上記第1の実施の形態では、ガイド部材6を炭化珪素単結晶基板3より下方に配置したが、蓋体1下面との距離Yを上記条件を満足するように設定できれば、炭化珪素単結晶基板3がガイド部材6内に位置するようにしてもよく、同様の効果が得られる。

【0044】図3に本発明の第3の実施の形態として示すように、ガイド部材6を、内層であるインナーガイド62と外層であるアウターガイド61からなる内外2層構造としてもよい。上記第1の実施の形態では、ガイド部材6をるつぼ8と同じ黒鉛製としたが、2層構造とすることで、それぞれ異なる材質とすることができ、例えば、インナーガイド62を、成長させる単結晶と同じ炭化珪素で構成し、アウターガイド61を黒鉛製とすることにより、アウターガイド61やるつぼ内壁からのカーボン粒子の飛散を遮断することができる。よって、カーボン粒子が炭化珪素単結晶5の中に取り込まれたり、それを起源とする結晶欠陥が発生するのを防止でき、より高品質の単結晶が得られる。ここで、黒鉛製アウターガイド61は、インナーガイド62を保護するとともに温度分布を1層の場合と同じにする役割を果たす。ガイド部材6の材質を炭化珪素に変更するだけでは、加熱によりガイド部材6が昇華して消失してしまうため、効果がなく、るつぼ8全体を炭化珪素に材質変更する方法は、高価で、実用的ではない。

【0045】本発明の実施の形態では、インナーガイド62の材質に炭化珪素を用いたが、インナーガイド62の材質として、タンタル、モリブデン、タングステンなどの高融点金属を用いてもよい。特にタンタル(Ta)は黒鉛製のるつぼ内で熱処理することにより、タンタルよりさらに高温における熱的安定性に優れたTaCを表面に形成するので、上記理由により高品質の単結晶が得られる。

【0046】図4に本発明の第4の実施の形態として示すように、ガイド部材6の傾斜角度 $\theta$ が小さい場合には、内部を単結晶の成長空間とする筒状部63の下端に径方向外方に広がる支持部としてのガイド支持板64を一体に設けることにより、るつぼ8内壁に支持固定させるとよい。傾斜角度 $\theta$ が小さいと、るつぼ8の内径と深さによっては、ガイド部材6の下端にて支持することが難しい。あるいは、るつぼ底部で固定されるために、炭化珪素原料粉末7の充填量が減少して単結晶の成長量が減少し、生産性が低くなる。このような場合、本実施の形態のようにガイド支持板64を設けてこれをるつぼ8

に固定することにより、るつぼ底部で炭化珪素原料粉末7の充填量を減少させることなく、効率よく単結晶を成長できる。

【0047】図5に本発明の第5の実施の形態を示す。本発明は、ガイド部材6を傾斜させることにより、口径拡大を図ることができるが、図5のように、ガイド部材6を一定径(傾斜角度 $\theta=0$ )とした場合にも有効である。このように傾斜角度 $\theta=0$ としたガイド部材6を用いて単結晶を成長させると、炭化珪素単結晶基板3と同一径の単結晶が、ガイド部材6とは接触することなく、独立して成長し、上記実施の形態において記載したのと同様の理由で、高品質の単結晶が得られる。なお、図8に従来技術として示すように、るつぼ8の内径を炭化珪素単結晶基板3と同一径とした場合にも、炭化珪素単結晶基板3と同一径の炭化珪素単結晶5が成長し、多結晶の成長も抑制されるが、単結晶5がるつぼ8内壁と一体になり、るつぼ8から応力を受けて結晶欠陥が発生する。

【0048】図6に本発明の第6の実施の形態を示す。ガイド部材6の傾斜角度が2段階に変化する例であり、炭化珪素単結晶基板3側の傾斜角度 $\theta$ が90度、即ち水平であり、炭化珪素原料粉末7側の傾斜角度 $\theta$ は45度以下である。これによりガイド部材6で囲まれた成長空間を大きくでき、水平部分の大きさを調整することにより45度以下の傾斜角度 $\theta$ を持つガイド部材6の内壁と炭化珪素単結晶5と距離を調整できる。ガイド部材6の内壁と炭化珪素単結晶5と距離を変えることにより成長空間の温度分布を変えることができ、最適な成長条件を実現する一つのパラメータとすることができる。前述したように傾斜角度 $\theta$ が45度以上の部分であっても、ガイド部材6は炭化珪素原料粉末7近傍にて支持固定されるので、ガイド部材6の温度は高くなり、ガイド部材6に成長する多結晶の量を小さくできる。

【0049】なお、上記実施の形態では、単結晶として炭化珪素単結晶を成長させた場合について説明したが、炭化珪素単結晶以外にも、昇華再結晶法で成長可能な他の単結晶の成長に適用してももちろんよい。また、結晶支持部2および種結晶3の形状は、円形が一般的であるが、円形に限らず、他の形状とすることもできる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施の形態を示し、(a)は単結晶を成長させた様子を示す単結晶の成長装置の概略断面図、(b)は単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図2】本発明の第2の実施の形態における単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図3】本発明の第3の実施の形態における単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図4】本発明の第4の実施の形態における単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図5】本発明の第5の実施の形態における単結晶の成



長装置の概略断面図である。

【図6】本発明の第6の実施の形態における単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図7】従来の単結晶の成長装置の概略断面図である。

【図8】従来の単結晶の成長装置の概略断面図である。

【符号の説明】

1 蓋体

2 種結晶支持部

3 炭化珪素単結晶基板（種結晶）

4 炭化珪素多結晶

5 炭化珪素単結晶

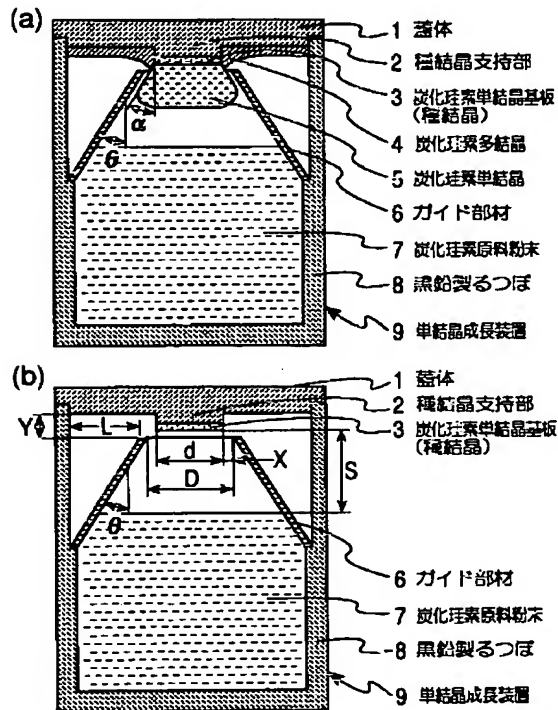
6 ガイド部材

7 原料粉末

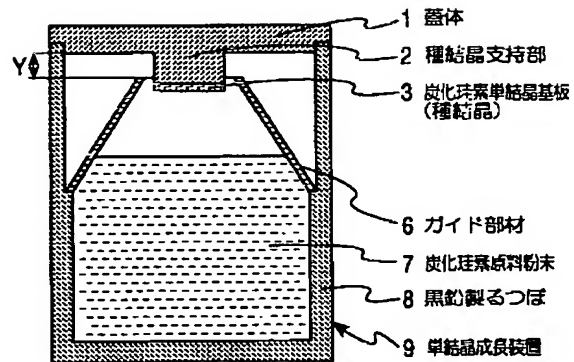
8 るつぼ

9 単結晶成長装置

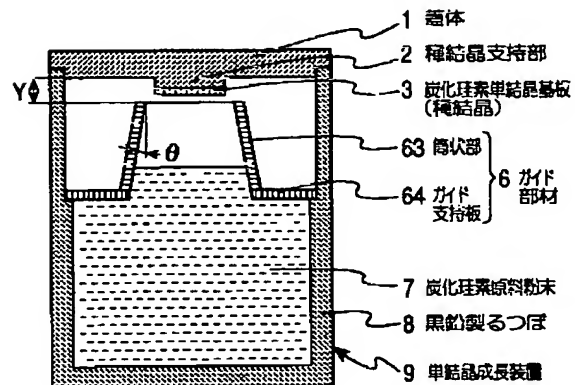
【図1】



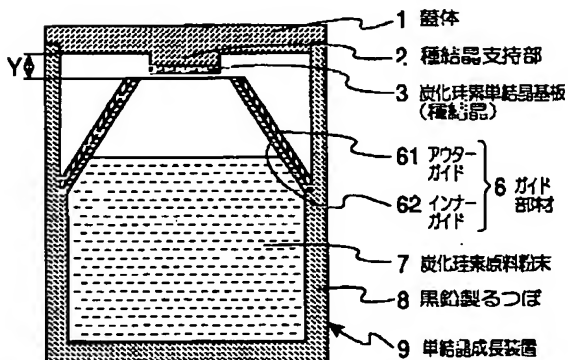
【図2】



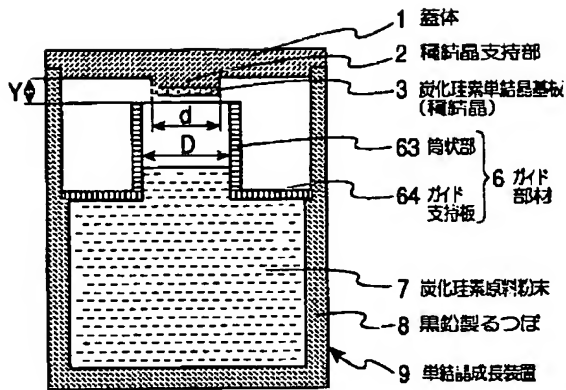
【図4】



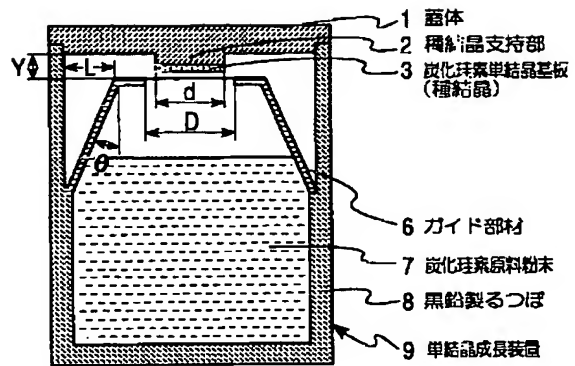
【図3】



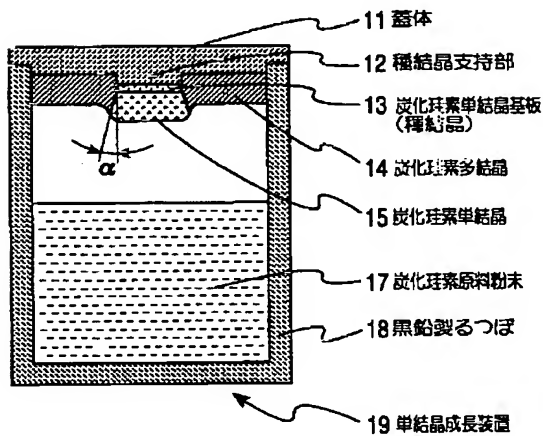
【図5】



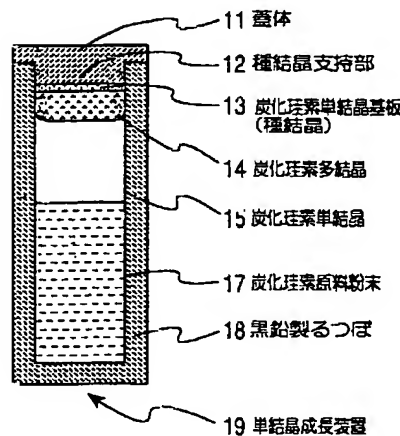
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 西澤 伸一  
茨城県つくば市梅園1丁目1番4 工業技  
術院電子技術総合研究所内  
(72)発明者 荒井 和雄  
茨城県つくば市梅園1丁目1番4 工業技  
術院電子技術総合研究所内

(72)発明者 木藤 泰男  
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会  
社デンソー内  
Fターム(参考) 4G077 AA02 BE08 DA02 EG24 HA12  
5F103 AA01 AA04 DD17 GG01 HH03